



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

12 Off nlegungsschrift
10 DE 195 37 726 A 1

51 Int. Cl.⁶:
D 01 F 2/00
D 01 F 1/02
D 01 D 5/00
// D 01 F 1/09,8/02

21 Aktenzeichen: 195 37 726.5
22 Anmeldetag: 11. 10. 95
43 Offenlegungstag: 17. 4. 97

DE 195 37 726 A 1

71 Anmelder:
Thüringisches Institut für Textil- und
Kunststoff-Forschung e.V., 07407 Rudolstadt, DE

61 Zusatz zu: P 44 26 966.8

72 Erfinder:
Vorbach, Dieter, 07407 Rudolstadt, DE; Taeger,
Eberhard, Dr., 07407 Weißbach, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Verfahren zur Herstellung von mechanisch stabilen polyfilen Filamentbündeln aus Cellulose mit einem sehr hohen Anteil von Zusatzstoffen

57 Verfahren zur Herstellung von mechanisch stabilen polyfilen Filamentbündeln mit einem sehr hohen Anteil an Zusatzstoffen, die in der Weise hergestellt werden, daß einem Faserbündel mit hohen Anteilen von Zusatzstoffen schon während der Erspinnung mechanisch stabile Filamente, die die mechanische Festigkeit des Gesamtfaserbündels erhöhen, zugefügt werden.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren gelingt es, mechanisch stabile Cellulosefäden mit Füllgraden bis über 500 Gew.-%, bezogen auf den Celluloseanteil herzustellen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Cellulose nach einem rein physikalischen Verfahren in einem geeigneten chemisch inerten Lösungsmittel für Cellulose, z. B. Monohydrat des N- Methylmorpholin- N- oxids (NMMO), gelöst wird und dieser Lösung die Komponenten der Zuschlagstoffe zugegeben werden, z. B. Metallpulver, leitfähige Substanzen, monokristalline Fasern oder keramische Stoffe.

Die so hergestellten Filamente zeigen nach der Trocknung in Abhängigkeit von den Zusatzstoffen unterschiedliche mechanische Eigenschaften, die die spätere Verarbeitung der Filamente beeinflussen können.

So kann bei diesem Verfahren, durch den Zusatz dieser Stoffe, entsprechend des eingesetzten Gewichtsanteils dieser Stoffe, auch die Gesamtfestigkeit des Bündels, bezogen auf den Titer des Fadens, proportional abnehmen, was sich bei einer späteren textilen Verarbeitung ungünstig auswirken könnte.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die ...

Die folgenden Angaben sind d n vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnomm n

DE 195 37 726 A 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von mechanisch stabilen polyfilen Filamentbündeln mit einem sehr hohen Anteil an Zusatzstoffen, die in der Weise hergestellt werden, daß einem Faserbündel mit hohen Anteilen von Zusatzstoffen schon während der Erspinnung mechanisch stabile Filamente, die die mechanische Festigkeit des Gesamtfaserbündels erhöhen, zugefügt werden.

Es ist bekannt, daß cellulosische Filamente mit einem sehr hohen Anteil an Zusatzstoffen nach einem speziellen Trocken- Naßspinnverfahren hergestellt werden können, wobei auf Grund der chemisch neutralen Spinnlösung sehr unterschiedliche metallische und nichtmetallische Zusatzstoffe in feiner Verteilung der Spinnlösung zugegeben werden können und wegen der besonderen Gestaltung des Fadenbildungsvorganges auch sehr hohe Konzentrationen dieser Stoffe der Celluloselösung zugemischt und bei der Erspinnung in den Faden bzw. Folie eingelagert werden können. Patent P 44 26 966.8

Mit diesem Verfahren gelingt es, Cellulosefäden und Folien mit Füllgraden bis über 500 Gew.%, bezogen auf den Celluloseanteil, herzustellen.

Die Herstellung der Fäden erfolgt in der Weise, daß die Cellulose nach einem rein physikalischen Verfahren in einem geeigneten chemisch inerten Lösungsmittel für Cellulose, z. B. Monohydrat des N-Methylmorpholin-N-oxids (NMMO), gelöst wird und dieser Lösung die Komponenten der Zuschlagstoffe zugegeben werden, z. B. Metallpulver, leitfähige Substanzen, monokristalline Fasern oder keramische Stoffe.

Ausgangspunkt für die Verspinnung ist z. B. eine Lösung aus Zellstoff, Wasser und NMMO, wobei der Zellstoffanteil 2%—20% betragen kann, bei einem Anteil von 70—90% NMMO und 5—10% Wasser mit einem Anteil der Zuschlagstoffe bis über 500 Gew.% bezogen auf Cellulose.

Diese Lösung wird aus Spinndüsen mit runden oder profilierten Düsenlochbohrungen, aus Hohldüsen oder Schlitzdüsen, über eine kurze Luftstrecke von vorzugsweise 1 mm—50 mm zur Vermeidung von Düsenlochverstopfungen und Verklebungen und wegen der dabei überraschend gefundenen hohen Spinnsicherheit bei hohen Füllgraden der Celluloselösung, in ein daran anschließendes Wasserbad gesponnen. In dem Wasserbad erfolgt das Ausfällen der Cellulose und damit verbunden eine Verfestigung des Fadens bzw. der Folie, sowie die Extraktion des Lösungsmittels NMMO, so daß der Faden bzw. die Folie über Fadenführer und Galetten geführt und anschließend auf Spulen aufgewickelt werden kann.

Der Faden oder die Folie werden an Luft oder bei Temperaturen unterhalb der Schädigungsgrenze der Cellulose getrocknet.

Die so hergestellten Filamente zeigen nach der Trocknung in Abhängigkeit von den Zusatzstoffen unterschiedliche mechanische Eigenschaften, die die spätere Verarbeitung der Filamente negativ beeinflussen können.

So kann bei diesem Verfahren, durch den Zusatz dieser Stoffe, entsprechend des eingesetzten Gewichtsanteils dieser Stoffe, auch die Gesamtfestigkeit des Bündels, bezogen auf den Titer des Fadens, proportional abnehmen, was sich bei einer späteren textilen Verarbeitung ungünstig auswirken könnte.

Bei einer Zugabe von leitfähigen Substanzen kann

z. B. die Filamentfestigkeit, bezogen auf den Titer des Fadenbündels, bei der Zugabe von 150 Gew.% Graphit, bezogen auf Cellulose, auf das 0,2-fache des ursprünglichen Wertes abfallen.

Wobei sich der spezifische Widerstand des Bündels von $10^{12} \Omega \text{cm}$ auf $0,03 \Omega \text{cm}$ verringert.

Vergleicht man den spezifischen Widerstand des Filamentbündels ohne Zusatzstoffe, der bei ca. $10^{12} \Omega \text{cm}$ liegt, mit dem Widerstand der leitfähigen Filamente, so beträgt der Unterschied zwischen den leitfähigen Filamenten und denen ohne Zusatzstoffen etwa 13 Zehnerpotenzen.

Die Änderung im Widerstand ist also wesentlich größer als die Änderung in der Filamentfestigkeit, so daß es dadurch möglich wird, daß bei der Erspinnung das Gesamtfilamentbündels ohne wesentliche Erhöhung des spezifischen Widerstandes des Faserbündels, nur ein Teil des Bündels aus leitfähigen Filamenten zu bestehen braucht.

Die Herstellung dieses Filamentbündels, das teilweise aus Filamenten mit hohen Anteilen von Zuschlagstoffen und solchen ohne diese Stoffe besteht, kann in der Weise erfolgen, daß einem Teil der Düsenlöcher einer Spinnöse oder mehreren getrennten Spinnösen über getrennte Zuführungskanäle Polymerlösung ohne und dem anderen Teil der Düsenlöcher Polymerlösung mit diesen Zusatzstoffen zugeführt wird und diese Polymeren zu einem gemeinsamen Filamentbündel versponnen werden.

Die weitere Behandlung des Gesamtfadens kann in der gleichen Weise erfolgen wie in Patent P 44 26 966.8 beschrieben wurde.

Zur Verdeutlichung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Herstellung von mechanisch stabilen polyfilen Cellulosefäden, mit hohen Anteilen von Zuschlagstoffen, in den folgenden Beispielen beschrieben.

Beispiel 1

Einem Teil einer 10-gew.-%-igen Celluloselösung in N-Methylmorpholin-N-oxid wird pulveriger feinverteilter Kohlenstoff mit einer mittleren Korngröße von kleiner $1 \mu\text{m}$, in einem Gewichtsanteil von 120 Gew.%, bezogen auf den Celluloseanteil, zugesetzt. Die Celluloselösung ohne Zusatzstoffen und die Celluloselösungen mit diesen Zusatzstoffen werden bei einer Temperatur von ca. 105°C über getrennte Zuführungskanäle einer Spinnöse mit 80 Bohrungen zugeführt. Die Aufteilung auf die Düsenlöcher wurde so vorgenommen, daß 20 Kapillarbohrungen der Düse mit Polymerlösung mit den Zuschlagstoffen und 60 Kapillarbohrungen mit Polymerlösung ohne leitfähiger Substanzen beschickt wurden.

Die Abzugsgeschwindigkeit betrug $17,5 \text{ m/min}$. Die Düse hatte einen Abstand zum wäßrigen Fällbad von 20 mm. Der aus der Düse austretende Faden wurde nach der Luftstrecke durch ein Wasserbad zur Entfernung des Lösungsmittels von 6 m Länge geführt und anschließend auf einer Spule aufgewickelt. Die Trocknung des Fadens erfolgte bei 60°C .

Die so hergestellten Fäden, bestehend aus leitfähigen und nichtleitenden Einzelfilamenten, hatten im trockenen Zustand einen spezifischen Gesamtwiderstand von $\rho = 0,1 \Omega \text{cm}$.

Die Reißfestigkeit des Gesamtbündels betrug 300 mN/tex . Verglichen mit der Reißfestigkeit eines Filamentbündels ohne diesen hohen Anteil an Zusatzstoffen betrug die Festigkeit des Filamentbündels etwa 80%

der Ausgangsfestigkeit der Filamente ohne Zuschlagstoffe.

Beispiel 2

Einem Teil einer Lösung von 10% Cellulose, 10% Wasser und 80% NMMO wird ein Keramikpulver mit einer mittleren Korngröße von etwa 1 μm , mit einem Gewichtsanteil von 200%, bezogen auf den Celluloseanteil der Lösung, zugesetzt.

Die Celluloselösungen ohne Zusatzstoffen und die mit diesen Zusatzstoffen wurden bei einer Temperatur von ca. 105°C über zwei getrennte Spinddüsen mit jeweils 40 Bohrungen in ein gemeinsames Fällbad gesponnen und im Anschluß daran gemeinsam weiter verarbeitet.

Die Abzugsgeschwindigkeit betrug 17,5 in/min. Die Düsen hatten einen Abstand zum wäßrigen Fällbad von 20 mm. Die aus den Düsen austretenden Fäden wurden nach der Luftstrecke durch ein Wasserbad von 6 m Länge geführt und anschließend auf einer Spule aufgewickelt. Die Trocknung des Fadens erfolgte bei 60°C.

Die Fäden wurden auf einer üblichen Textilmaschine problemlos zu einem Gewebe verarbeitet, welches im Anschluß daran bei 1300°C gesintert wurde.

Es ergab sich ein mechanisch stabiles Gewebe aus keramischen Material.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von mechanisch stabilen polyfilen Cellulosefäden mit einem sehr hohen Anteil von Zusatzstoffen in den Einzelfilamenten, bis zu 500%, bezogen auf den Celluloseanteil, **dadurch gekennzeichnet**, daß bei der Herstellung der Fäden nur einem Teil der Einzelfilamente des Bündels diese Zusatzstoffe zugegeben werden und die restlichen Filamente aus Fäden mit den ursprünglichen mechanischen Eigenschaften ohne Zusatzstoffen bestehen.

2. Verfahren zur Herstellung von mechanisch stabilen Cellulosefäden mit einem hohen Anteil von Zusatzstoffen, bis zu 500% bezogen auf den Celluloseanteil, nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, daß bei der Erspinnung des Cellulosefadens einem Teil der Düsenlöcher einer Spinddüse über getrennte Zuführungskanäle Polymerlösung ohne und den anderen Teilen der Düsenlöcher Polymerlösung mit diesen Zusatzstoffen zugeführt wird und diese Filamente über eine Luftstrecke in ein Flüssigkeitsbad gesponnen werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die unterschiedlichen Polymeren mit und ohne Zusatzstoffen aus getrennten Düsen ersponnen werden und im Anschluß daran gemeinsam weiter verarbeitet werden.

- Leerseite -

THIS PAGE BLANK (USPTO)